

(11)Publication number : 2003-327966  
 (43)Date of publication of application : 19.11.2003

(51)Int.Cl. C09K 19/54  
 G02F 1/13  
 G02F 1/1334

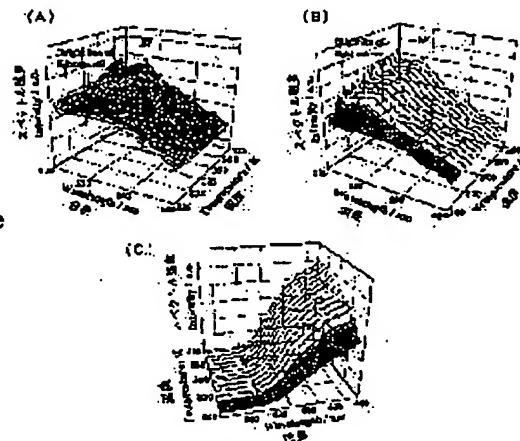
(21)Application number : 2002-132303 (71)Applicant : JAPAN SCIENCE & TECHNOLOGY CORP  
 (22)Date of filing : 08.05.2002 (72)Inventor : KIKUCHI HIROTSUGU  
 KAJIYAMA CHISATO

#### (54) LIQUID CRYSTAL MATERIAL FOR OPTICAL MODULATION ELEMENT

##### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To obtain a liquid crystal material which can develop a blue phase over such a sufficiently wide temperature range as being supplied for practical uses as optical modulation elements.

**SOLUTION:** This liquid crystal material for optical modulation elements comprises the blue phase of a composite liquid crystal composition (polymer network/low molecular liquid crystal) which comprises a low molecule liquid crystal capable of developing the blue phase between a cholesteric phase and an isotropic phase, and a polymer network formed in the low molecule liquid crystal by polymerizing an amorphous monomer (for example, an alkyl group side chain-having acrylate-based monomer) together with a crosslinking agent. The liquid crystal material for optical modulation elements is produced by dispersing the monomer and the crosslinking agent in the low molecule liquid crystal and then polymerizing the dispersion at a temperature holding the blue phase. Thus, such the liquid crystal material that the developed temperature of the blue phase is ranged in a temperature width of  $\geq 60^\circ\text{C}$  nipping room temperature can be obtained.



#### LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 08.05.2002

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3779937

[Date of registration] 10.03.2006

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

\* NOTICES \*

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.

3. In the drawings, any words are not translated.

---

## CLAIMS

---

[Claim(s)]

[Claim 1] The liquid crystal ingredient for optical modulation elements characterized by consisting of blue phases of the multicomputer system liquid crystal constituent which consists of the macromolecule network which is a macromolecule network formed into the low-molecular liquid crystal which may discover a blue phase between a cholesteric phase and an isotropic phase, and this low-molecular liquid crystal, and was formed when the monomer of non-liquid crystallinity carried out a polymerization with a cross linking agent (a macromolecule network / low-molecular liquid crystal).

[Claim 2] The liquid crystal ingredient for optical modulation elements according to claim 1 characterized by the monomer of non-liquid crystallinity being an acrylate system monomer which has an alkyl group as a side chain.

[Claim 3] (A macromolecule network / low-molecular liquid crystal) The liquid crystal ingredient for optical modulation elements according to claim 2 with which manifestation temperature width of face of the blue phase of a multicomputer system liquid crystal constituent is characterized by continuing for 60 degrees C or more which sandwiches a room temperature.

[Claim 4] The approach characterized by including the process which performs a polymerization to the bottom of the temperature at which it is the approach of manufacturing the liquid crystal ingredient for optical modulation elements according to claim 1 to 3, a monomer and a cross linking agent are distributed in low-molecular liquid crystal, and the blue phase is held.

[Claim 5] The manufacture approach of the liquid crystal ingredient for optical modulation elements according to claim 4 characterized by performing a polymerization according to photopolymerization.

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.

3. In the drawings, any words are not translated.

---

## DETAILED DESCRIPTION

---

### [Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention belongs to the technical field of the light modulation using liquid crystal, and relates to a suitable new liquid crystal ingredient to be especially used as an optical modulation element, and its producing method.

[0002]

[Description of the Prior Art] In luminous intensity or a polarization condition, it is highly precise and the high speed and the component (optical modulation element) to control are indispensable in an optical-information-processing technique. The inorganic single crystal in which the electro-optical effect is shown as an optical modulation element has so far been used mainly. However, generally, the inorganic single crystal is expensive, and since it is deficient in the degree of freedom of a configuration, the cheap and small optical modulation element using liquid crystal attracts attention in recent years. Although liquid crystal shows a big birefringence and the variegated electro-optical effect, since a speed of response needs low things and a low polarizing plate, losing the abbreviation one half of the transmitted light poses a problem.

[0003] A blue phase (Blue Phase: it may outline Following BP) is one of the liquid crystal phases which have appeared in the several degrees C (generally 1-3 degrees C) temperature requirement between a cholesteric phase and an isotropic phase (temperature width of face), and originating in the body-centered cubic lattice (BPI) of the lattice constant of several 100nm order or formation of three-dimensions period structure like simple-cubic-lattice (BPII) structure is known. To the light, BP shows Bragg reflection and optical activity and shows the unique electro-optics property that the angle of diffraction and polarization condition of incident light can be changed in the response time of microsecond order by the place outside electric field, a field, etc. Therefore, the speed of response which easily endures the conventional liquid crystal modulation element, and various functions light modulation are possible for the liquid crystal in which BP is shown. However, since BP discovers only in the only 1-3-degree C temperature requirement between a cholesteric phase and an isotropic phase, that temperature control with a precise component is needed poses a problem, and the optical modulation element which consists of BP liquid crystal has not yet resulted in utilization.

[0004]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] The purpose of this invention is to develop the new liquid crystal ingredient which can discover a blue phase over the temperature requirement large enough with which practical use can be presented as an optical modulation element.

[0005]

[Means for Solving the Problem] this invention person is [0006] which succeeded in making the manifestation temperature requirement (temperature width of face) of a blue phase expand sharply, and drew this invention by making the network of the macromolecule of the monomer origin of specific structure form into the low-molecular liquid crystal in which a blue phase is shown, as a result of repeating examination. It is the macromolecule network formed into the low-molecular liquid crystal to which this invention may discover a blue phase between a cholesteric phase and an isotropic phase in this way, and this low-molecular liquid crystal, and the liquid crystal ingredient for optical modulation elements characterized by consisting of blue phases of the multicomputer system liquid crystal constituent which consists of the macromolecule network formed when the monomer of non-liquid crystallinity carried out a polymerization with a cross linking agent (a macromolecule network / low-molecular liquid crystal) is offered. If this invention is followed, it is the approach of manufacturing the further above-mentioned liquid crystal for optical modulation elements, and a monomer and a cross linking agent will be distributed in low-molecular liquid crystal, and the approach characterized by including the process which performs a polymerization to the bottom of the temperature at which the blue phase is held will be offered.

[0007]

[Embodiment of the Invention] The multicomputer system liquid crystal constituent with which the suitable liquid crystal ingredient of this invention to be used as an optical modulation element is known until now (a macromolecule network / low-molecular liquid crystal) consists of BP(s) (blue phase) discovered with the multicomputer system (macromolecule network / low-molecular liquid crystal) liquid crystal constituent new type based on the technical thought of another \*\*. That is, although the multicomputer system liquid crystal constituent with which the network structure of the macromolecule of a minute amount is formed into low-molecular liquid crystal (a macromolecule network / low-molecular liquid crystal) is well known as one of the PDLC (Polymer Dispersed Liquid Crystal) modes which are the liquid crystal mode used as a display device (display) etc., the structure in this invention (a macromolecule network / low-molecular liquid crystal) differs from such a conventional thing. In the multicomputer system (macromolecule network / low-molecular liquid crystal) liquid crystal constituent known from the former, the array of a liquid crystal phase is stabilized in itself as a monomer molecule used as the raw material of the polymer which forms a network by forming a macromolecule network using what is liquid crystallinity and has low-molecular liquid crystal and compatibility.

[0008] On the other hand, when this invention carries out the polymerization of the monomer molecule with low compatibility to low-molecular liquid crystal and makes a macromolecule network form, it is based on the fact that the temperature requirement where BP is discovered is expanded. :BP by which this is understood as what is depended on the following reasons is in the line defect and coexistence condition of molecular arrangement, and since the energy which generates a defect is large, BP is discovered at a high energy condition, i.e., very few temperature requirements directly under an isotropic phase. If what has low-molecular liquid crystal and compatibility low as a monomer is used, a monomer molecule is condensed by the line defect of BP of this low-molecular liquid crystal, the macromolecule network corresponding to the structure of the line defect of BP is formed of a polymerization, the amount of the energy which generates the line defect of BP falls by this, the line defect of BP is generated more also in a low-temperature region, and the manifestation temperature requirement of BP will be expanded.

[0009] The monomer used for forming a macromolecule network in the liquid crystal ingredient for optical modulation elements of this invention in this way is a monomer of non-liquid crystallinity. Here with the monomer of non-liquid crystallinity used in this invention It is the monomer which can carry out a polymerization by photopolymerization or thermal polymerization. the molecular structure (for example, ends, such as a biphenyl radical or a biphenyl cyclohexyl radical, -- an alkyl group --) of the shape of a rod which presents the liquid crystal known well Although the monomer which carries out the designation of the monomer which does not have the molecular structure to which the cyano group, the fluorine, etc. were attached, for example, contains polymerization nature machines, such as an acryloyl radical, a methacryloyl radical, a vinyl group, an epoxy group, a fumarate radical, and a cinnamoyl radical, in the molecular structure is mentioned It is not restricted to these.

[0010] An example desirable as a non-liquid crystallinity monomer used for forming a macromolecule network in the liquid crystal ingredient for optical modulation elements of this invention is an acrylate system monomer which contains an acryloyl radical or a methacryloyl radical in the molecular structure, and especially a desirable thing is an acrylate system monomer of branching structure which has an alkyl group as a side chain. Generally, an alkyl group is an alkyl group of carbon numbers 1-4, and the monomer which has one side chain which consists of such an alkyl group even if few per monomeric unit is used for it. When a macromolecule network is formed from the monomer which does not branch even if it is the monomer which has the molecular structure of non-liquid crystallinity, it is found out that the expansion effectiveness of the temperature width of face which discovers BP is small. As a suitable example of the acrylate system monomer which has cyclohexyl acrylate etc. as a suitable example of an acrylate system monomer, and has an alkyl group as a side chain, 2-ethylhexyl acrylate, 1 and 3, 3-trimethylhexyl acrylate, etc. can be mentioned.

[0011] A macromolecule network will be formed by presenting a polymerization with the monomer on \*\* with a cross linking agent. Any of the compound of liquid crystallinity or non-

liquid crystallinity are sufficient as this cross linking agent, and it should just use what has the reactant part which combines between that monomer molecule corresponding to the used monomer, and can form network structure. For example, when using an acrylate system monomer as a monomer according to the desirable mode of this invention, the diacrylate monomer of liquid crystallinity can also be used as a cross linking agent. However, if the concentration of a cross linking agent is too low, since BP (blue phase) will not be discovered or the manifestation temperature requirement (temperature width of face) will become narrow, not using a cross linking agent, it is required to use the cross linking agent of an amount enough. Moreover, the concentration of a macromolecule network is also important and it is also required to form enough the macromolecule network where a continuity is high using the monomer and cross linking agent of an amount for making large manifestation temperature width of face of BP (refer to the below-mentioned example).

[0012] The low-molecular liquid crystal which constitutes the multicomputer system liquid crystal constituent in the liquid crystal ingredient of suitable this invention to be used as an optical modulation element (a macromolecule network / low-molecular liquid crystal) may discover a blue phase between a cholesteric phase (chiral nematic phase) and an isotropic phase. By itself having chirality (chirality) by existence of an asymmetrical atom, or adding the chiral matter (chiral dopant) including the molecular structures, such as a biphenyl, terphenyl, and biphenyl cyclohexyl, such low-molecular liquid crystal is the matter which may discover a cholesteric phase (chiral nematic phase), and is chosen from that from which the pitch length of the whorl in the cholesteric phase (chiral nematic phase) is set to about 500nm or less. While such liquid crystal discovers a cholesteric phase (chiral nematic phase) at low temperature and discovering an isotropic phase at an elevated temperature from it, discovering a blue phase in few temperature fields between a cholesteric phase (chiral nematic phase) and an isotropic phase is known. As for these low-molecular liquid crystal, generally, it is desirable to mix and use two or more classes.

[0013] The liquid crystal ingredient for optical modulation elements of this invention consists of blue phases of the multicomputer system liquid crystal constituent which consists of the low-molecular liquid crystal on \*\*, and a macromolecule network (a macromolecule network / low-molecular liquid crystal). The blue phase of this (a macromolecule network / low-molecular liquid crystal) multicomputer system liquid crystal constituent distributes a monomer and a cross linking agent in low-molecular liquid crystal, and is obtained by performing a polymerization reaction to the bottom of the temperature at which the blue phase is held.

[0014] It can check that the blue phase is held by the observation by the polarization microscope, and measurement of a reflectance spectrum. That is, if the blue phase has appeared, blue and yellow-green platelets (scutellum-like organization) characteristic of a blue phase will be observed by the polarization microscope, and a peak will be accepted in a reflectance spectrum in the wavelength of about 550nm corresponding to this yellow-green platelets.

[0015] Although either thermal polymerization or photopolymerization can perform a polymerization, since a limitation is located in the range with which the temperature at which a blue phase is held, and polymerization temperature (whenever [ · stoving temperature ]) lap in the case of thermal polymerization and the gestalt of a macromolecule network may change with heating, being based on photopolymerization using ultraviolet radiation is desirable. Moreover, in order to speed up a rate of polymerization on the occasion of a polymerization, it is desirable to also distribute a polymerization initiator in low-molecular liquid crystal in addition to a monomer and a cross linking agent. As a photopolymerization initiator, various kinds of initiators, such as an acetophenone system, a benzophenone system, a benzoin ether system, and a thioxan ton system, are usable, and, specifically, a 2 and 2-dimethoxy-2-phenyl acetophenone etc. can be illustrated. Furthermore, as mentioned already, it may be necessary for low-molecular liquid crystal to add the chiral dopant for making a chiral nematic phase discover.

[0016] In order to produce the liquid crystal ingredient which consists of the blue phase of a multicomputer system (macromolecule network / low-molecular liquid crystal) liquid crystal constituent in this way according to this invention \*\* -- above -- the inside of low-molecular

liquid crystal -- a monomer and a cross linking agent -- further : with which injects into a suitable cel the mixed solution which distributed the polymerization initiator and the chiral dopant if needed, and a polymerization reaction is presented as follows — first It checks like previous statement being the temperature fall or that carried out the temperature up and BP (blue phase) is discovered by polarization microscope observation and/or reflectance spectrum measurement for the sample before a polymerization (mixed solution). Next, if ultraviolet radiation is irradiated and yellow-green brightness becomes strong when it is admitted in a sample from the temperature at which BP manifestation was checked the temperature up or that the temperature was lowered and the yellow-green brightness of platelets became weak (polarization microscope observation and/or reflectance spectrum measurement), an ultraviolet radiation exposure will be suspended. Then, if a temperature up is carried out, ultraviolet radiation is further irradiated in a temperature fall or the temperature to which the yellow-green brightness of platelets became weak again and the yellow-green brightness of platelets becomes strong about a sample, an ultraviolet radiation exposure will be suspended. the temperature (temperature to which the yellow-green brightness of platelets becomes strong) which repeats this actuation and discovers BP -- low-molecular liquid crystal -- about [ BP manifestation temperature of an independent system, and ] -- after doing one, a polymerization is made to complete further by irradiating fixed time amount (for example, 1 hour) ultraviolet radiation Although the above actuation is based on photopolymerization, when based on thermal polymerization, a polymerization can be performed by maintaining a system under the temperature to which BP manifestation is similarly checked by polarization microscope observation and/or reflectance spectrum measurement, and a polymerization reaction advances.

[0017] The liquid crystal ingredient of this invention which consists of blue phases (BP) of the multicomputer system liquid crystal constituent obtained by the above polymerization reactions (a macromolecule network / low-molecular liquid crystal) presents a stable blue phase over a very large temperature requirement (temperature width of face). For example, there are some which can discover BP covering temperature width of face of 60 degrees C or more on both sides of a room temperature (15-25 degrees C) in a liquid crystal ingredient including the macromolecule network formed from the acrylate system monomer which has the alkyl group side chain which is the desirable example of this invention. It can check by the polarization microscope observation and reflectance spectrum measurement which also mentioned already BP manifestation of the obtained liquid crystal ingredient.

[0018]

[Example] This invention is not restricted by these examples, although an example is shown below in order to clarify the description of this invention still more concretely.

Example 1: The 2-ethylhexyl acrylate (2EHA) (product made from Aldrich) of non-liquid crystallinity, hexyl acrylate (HA), (the product made from Aldrich) and 1 and 3, 3-trimethylhexyl acrylate (TMHA) (product made from Aldrich), and 6-(4'-cyano biphenyl-4-yloxy) hexyl acrylate (6CBA) of liquid crystallinity were used as a production photopolymerization nature monomer of a liquid crystal ingredient. The 2 and 2-dimethoxy-2-phenyl acetophenone (product made from Aldrich) was used as a cross linking agent as a liquid crystallinity diacrylate monomer (RM257) (product made from Merck), and a photopolymerization initiator. as low-molecular liquid crystal -- a fluorine system -- nematic -- liquid crystal mixture JC-1041 -- XX (7) (Chisso Corp. make) and cyano -- what mixed the biphenyl system nematic liquid crystal 4-cyano-4'-pentyl biphenyl (5CB) (product made from Aldrich) by equimolar -- using -- as a chiral dopant -- ZLI- 4572 (9) and (the product made from Merck) were used. The chemical structure type of the low-molecular liquid crystal which used for drawing 1 the chemical structure type of the photopolymerization nature monomer, cross linking agent, and photopolymerization initiator which were used again, and a chiral dopant is shown in drawing 2 , respectively. In addition, in the chemical structure type shown in drawing 1 and drawing 2 , the carbon atom and the hydrogen atom are omitted according to an idiomatic style.

[0019] The mixed solution which prepared the above-mentioned constituent by the predetermined presentation was injected into the sandwiches mold cel of non-orientation and 14 micrometers of cel thickness in the state of the isotropic phase. Photopolymerization was

performed by irradiating the ultraviolet radiation of exposure on-the-strength 1.5 mW·cm<sup>-2</sup> obtained from a metal halide lamp for 1 hour or more, checking that it is in the condition that observed the cel into which each sample was injected with the polarization microscope under a cross Nicol's prism, and BP was held according to the approach mentioned already.

[0020] Furthermore, the high sensitivity multichannel photodetector (C4564-010G and Hamamatsu Photonics, Inc.) was used, and it went reflectance spectrum measurement of each sample before and behind a polymerization in the temperature field between an isotropic phase and a chiral nematic liquid crystal phase. The xenon lamp was used as the light source. Table 1 shows the presentation of each sample at the time of using 2EHA, and Table 2 shows the phase transition temperature after photopolymerization of the sample shown in Table 1 obtained by polarization microscope observation, and the manifestation temperature requirement of BP.

[0021]

[Table 1]

	2EHA	RM287	開始剤	JC-1041XX	5CB	ZLI-4572
サンプル 1	0	0	0	48.19	47.87	4.44
サンプル 2	2.87	1.51	0.19	45.08	45.79	8.06
サンプル 3	8.99	2.60	0.38	44.74	48.44	4.89
サンプル 4	5.76	8.66	0.47	42.78	42.54	4.85
サンプル 5	6.81	4.33	0.68	39.78	43.69	4.87

[0022]

[Table 2]

	N*-BP	BP-Lco	BP 発現温度範囲
サンプル 1	830.7	831.8	1.1
サンプル 2	819.1	826.8	6.8
サンプル 3	<268	826.4	>60
サンプル 4	<268	826.4	>60
サンプル 5	<268	827.0	>60

N\*-BP : カイラルネマチック相 - 青色相転移温度 (K)

BP-Lco : 青色相 - 等方相転移温度 (K)

[0023] As shown in Table 2, although the manifestation temperature requirement (temperature width of face) of BP was 1.1K (1.1 degrees C), in the condition (sample 1) that a macromolecule network does not exist, as for the manifestation temperature requirement of BP, the concentration of a macromolecule network was expanded with 6.8K (6.8 degrees C) in the four-mol multicompartment system it is [ multicompartment system ] % (sample 2). Furthermore, in the multicompartment system beyond 7mol% (samples 3-5), the manifestation temperature requirement of BP is as large as more than 60K (60 degrees C), and the concentration of a macromolecule network was expanded. This is considered to be based on BP having been stabilized as a result of stabilizing the line defect in the molecular arrangement structure and the paragenetic relation of BP by having formed the macromolecule network corresponding to the line defect of BP using 2EHA(s) which are the monomers which have an alkyl group side chain by non-liquid crystallinity.

[0024] Also when TMHA which has an alkyl group side chain by non-liquid crystallinity like 2EHA(s) was used, the remarkable BP manifestation temperature requirement expansion effectiveness was accepted, and the manifestation temperature requirement of BP was greatly expanded with 60 degrees C or more by the almost same presentation as a sample 3. However, although it was non-liquid crystallinity, when HA which does not have an alkyl group side chain was used, also in the almost same presentation as a sample 3, the manifestation temperature requirement of BP is 8.2 degrees C, and became small as compared with the case where 2EHA is used. On the other hand, it is not dependent on a presentation, the manifestation temperature requirement of BP at the time of using 6CBA(s) of liquid crystallinity is almost as fixed as about 2 degrees C, and expansion of BP manifestation temperature requirement was not accepted substantially.

[0025] Drawing 3 shows the polarization microscope observation image of the above-mentioned sample 3 as one example of polarization microscope observation. When the temperature was made to lower from an isotropic phase ((A) of drawing 3), platelets of the blue accompanying the

manifestation of BP and yellowish green was observed (B of drawing 3 ). The same image was observed in the temperature requirement broad about other samples.

[0026] Drawing 4 shows the temperature dependence of the reflectance spectrum of a sample 3 as one example. Unlike the low-molecular-liquid-crystal independent system, the peak resulting from the manifestation of BP was observed in the broad temperature requirement ((A) and (B) of drawing 4 ). Moreover, the manifestation of the peak corresponding to the pitch length of a chiral nematic liquid crystal phase was not observed ((C) of drawing 4 ). Therefore, it became clear that the molecular arrangement structure of BP was stabilized at broad temperature.

[0027] Example 2: In order to evaluate the applicability as an optical modulation element of the liquid crystal ingredient according to evaluation this invention of the electro-optics property of a liquid crystal ingredient, using electro-optics characterization equipment, a sine wave and 1kHz alternating current electric field were impressed to the bottom of a room temperature (20 degrees C), and the applied-voltage dependency of the electro-optics speed of response and transmitted light reinforcement was measured. The used incident light is helium-Ne laser light ( $\lambda=632.8\text{nm}$ ), and detection of the transmitted light was performed where \*\*\*\*\* is rotated 45 degrees to a polarizer.

[0028] Drawing 5 shows the time dependency of the transmitted light reinforcement when impressing the above-mentioned alternating current electric field (80V) to the liquid crystal ingredient produced from the sample 3 of an example 1 as one example of a measurement result. Transmitted light reinforcement increases to electric-field impression, optical activity is falling, and it is understood that the polarization condition of incident light changes with liquid crystal ingredients. This is considered to originate in the spiral structure of BP collapsing in what a low-molecular-liquid-crystal molecule tends to arrange along the electric-field impression direction. Moreover, it started, and fell and the high-speed electro-optics response was both shown as compared with about 1 – 2ms, and a nematic liquid crystal. Drawing 6 shows the dependency over the square of the applied voltage of transmitted light reinforcement. Since the square of transmitted light reinforcement and applied voltage is in proportionality, it can be said that it is an electro-optics response behavior accompanying a dielectric constant anisotropy.

[0029]

[Effect of the Invention] If this invention is followed, with an electro-optics property with a unique blue phase (BP) maintained, the manifestation temperature requirement can be expanded sharply and the problem of the straitness of the manifestation temperature which was a failure for putting BP in practical use as an optical modulation element will be conquered. The liquid crystal ingredient of this invention is available in a temperature requirement broad as a new optical modulation element which utilized diffraction and the rotatory-polarization property of BP, and can be \*\*(ed) to the new development in the micro optoelectronics field.

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

DESCRIPTION OF DRAWINGS

---

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] The chemical structure type of the photopolymerization nature monomer, cross linking agent, and photopolymerization initiator which were used in the example of this invention is shown.

[Drawing 2] The chemical structure type of the low-molecular liquid crystal used in the example of this invention and a chiral dopant is shown.

[Drawing 3] One example of the polarization microscope photograph of the liquid crystal ingredient sample according to this invention is shown.

[Drawing 4] One example of the temperature dependence of the reflectance spectrum of the liquid crystal ingredient sample according to this invention is shown.

[Drawing 5] One example of the time dependency of transmitted light reinforcement when alternating current electric field are impressed as an electro-optics property of a liquid crystal ingredient of following this invention is shown.

[Drawing 6] One example of the relation between transmitted light reinforcement and applied voltage is shown as an electro-optics property of a liquid crystal ingredient of following this invention.

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.

3. In the drawings, any words are not translated.

---

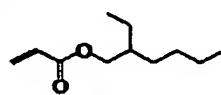
DRAWINGS

---

[Drawing 1]

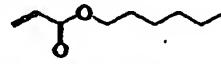
## 光重合性非液晶性モノマー

(1) Photo-polymerizable monomer : 2-ethylhexyl acrylate (2EHA) (Aldrich Co., LTD.)

 $M = 184.28 \text{ g/mol}^1$ 

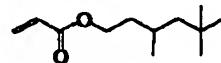
## 光重合性非液晶性モノマー

(2) Photo-polymerizable monomer : hexyl acrylate (HA) (Aldrich Co., LTD.)

 $M = 156.22 \text{ g/mol}^1$ 

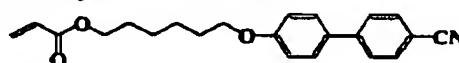
## 光重合性非液晶性モノマー

(3) Photo-polymerizable monomer : 3, 5, 5-trimethylhexyl acrylate (TMHA) (Aldrich Co., LTD.)

 $M = 198.30 \text{ g/mol}^1$ 

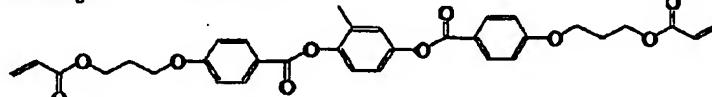
## 光重合性液晶性モノマー

(4) Photo-polymerizable liquid crystalline monomer : 6-(4'cyanobiphenyl-4-yloxy)hexyl acrylate (6CBA)

 $M = 349.42 \text{ g/mol}^1 \quad K 327 N 350 I$ 

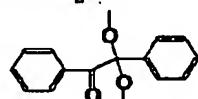
## 架橋剤

(5) Cross linker : RM257 (Merck Co., LTD.)

 $M = 588.60 \text{ g/mol}^1 \quad K 327 N 399 I$ 

## 光重合開始剤

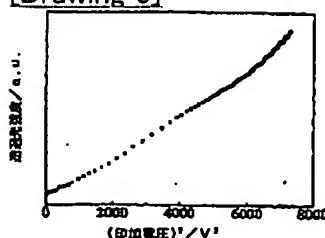
(6) Photoinitiator : 2,2-dimethoxy-2-phenyl acetophenone (Merck Co., LTD.)

 $M = 256.30 \text{ g/mol}^1$ 

[Drawing 3]

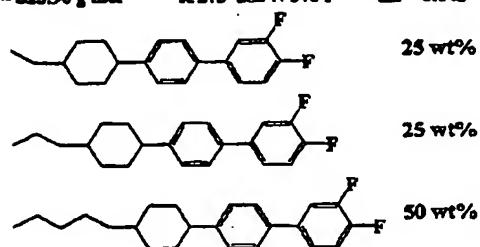
(A)  $T = 227.5\text{K}$ (B)  $T = 322.5\text{K}$ 

[Drawing 6]



[Drawing 2]

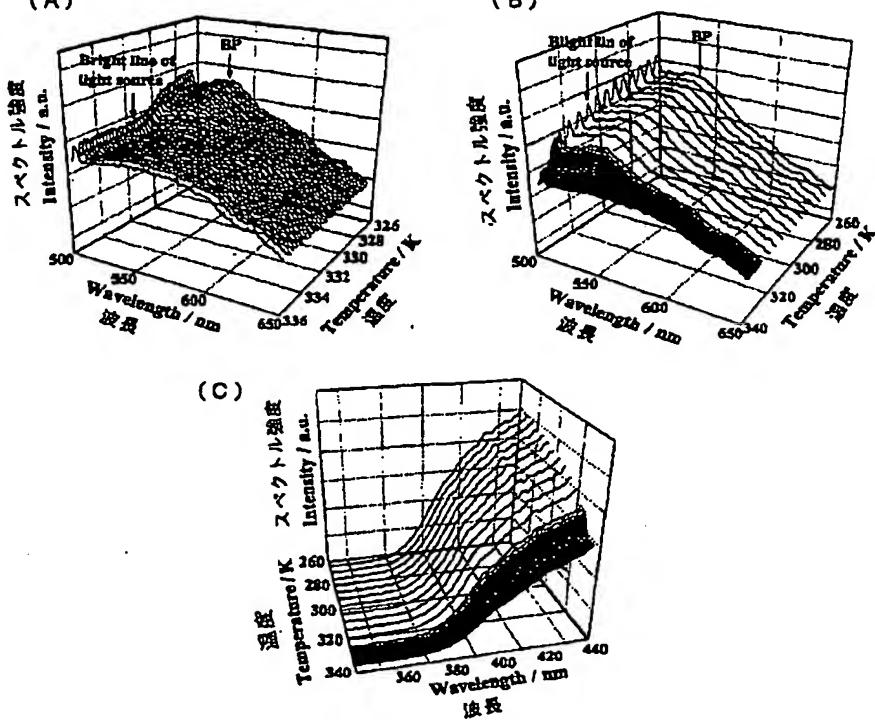
低分子液晶  
 (7) Low molecular nematic liquid crystal : JC-1041XX (Chisso Co., LTD.)  
 $M = 323.90 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$      $K = 273\text{--}283 \text{ N } 370 \text{ I}$      $\Delta n = 0.142$



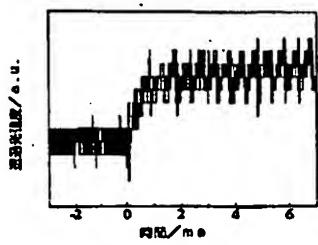
低分子液晶  
 (8) Low molecular nematic liquid crystal : 4-cyano-4'-pentylbiphenyl (5CB) (Aldrich Co., LTD.)  
 $M = 249.35 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$      $K = 296 \text{ N } 308 \text{ I}$      $\Delta n = 0.165$

カイラルドーパント  
 (9) Chiral dopant : ZLI-4572 (Merck Co., LTD.)  
 $M = 650.93 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$      $K = 406.2 \text{ I}$

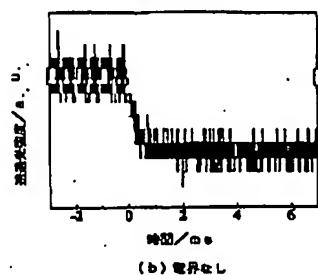
[Drawing 4]



[Drawing 5]



(a) 電界印加



(b) 電界外

---

[Translation done.]

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2003-327966

(P2003-327966A)

(43)公開日 平成15年11月19日 (2003.11.19)

(51)Int.Cl.  
C 09 K 19/54  
G 02 F 1/13  
1/1334

識別記号  
500

F I  
C 09 K 19/54  
G 02 F 1/13  
1/1334

マーク (参考)  
Z 2 H 0 8 9  
5 0 0 4 H 0 2 7

審査請求 有 請求項の数 5 O L (全 7 頁)

(21)出願番号 特願2002-132303(P2002-132303)

(22)出願日 平成14年5月8日(2002.5.8)

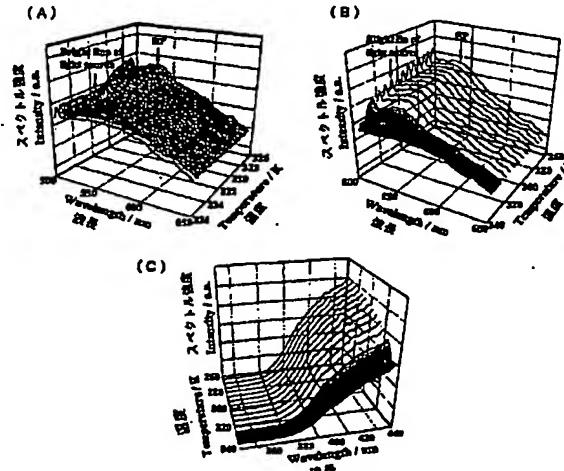
(71)出願人 396020800  
科学技術振興事業団  
埼玉県川口市本町4丁目1番8号  
(72)発明者 菊池 裕嗣  
福岡県福岡市南区長丘1-6-23-602  
(72)発明者 梶山 千里  
福岡県福岡市東区箱崎1-28-1  
(74)代理人 100087675  
弁理士 筒井 知  
Fターム(参考) 2H089 HA04 KA04 QA16  
4H027 BB11 BD02 CD04 CQ04

(54)【発明の名称】 光学変調素子用液晶材料

(57)【要約】

【課題】 光学変調素子として実用に供し得るような充分に広い温度範囲にわたって青色相を発現することのできる液晶材料を開発する。

【解決手段】 コレスティック相と等方相の間で青色相を発現し得る低分子液晶と、該低分子液晶中に形成された高分子ネットワークであつて非液晶性のモノマー(例えば、アルキル基側鎖を有するアクリレート系モノマー)が架橋剤とともに重合することにより形成された高分子ネットワークとから成る(高分子ネットワーク/低分子液晶)複合系液晶組成物の青色相から構成されている光学変調素子用液晶材料。低分子液晶中にモノマーと架橋剤を分散させ、青色相が保持されている温度下に重合を行うことによって作製される。青色相の発現温度幅が室温を挟む60°C以上にわたっているような液晶材料を得ることができる。



1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 コレスティック相と等方相の間で青色相を発現し得る低分子液晶と、該低分子液晶中に形成された高分子ネットワークであって非液晶性のモノマーが架橋剤とともに重合することにより形成された高分子ネットワークとから成る(高分子ネットワーク／低分子液晶)複合系液晶組成物の青色相から構成されていることを特徴とする光学変調素子用液晶材料。

【請求項2】 非液晶性のモノマーが、側鎖としてアルキル基を有するアクリレート系モノマーであることを特徴とする請求項1に記載の光学変調素子用液晶材料。

【請求項3】 (高分子ネットワーク／低分子液晶)複合系液晶組成物の青色相の発現温度幅が、室温を挟む60°C以上にわたっていることを特徴とする請求項2に記載の光学変調素子用液晶材料。

【請求項4】 請求項1～3のいずれかに記載の光学変調素子用液晶材料を製造する方法であって、低分子液晶中にモノマーと架橋剤を分散させ、青色相が保持されている温度下に重合を行う工程を含むことを特徴とする方法。

【請求項5】 光重合によって重合を行うことを特徴とする請求項4に記載の光学変調素子用液晶材料の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、液晶を利用する光変調の技術分野に属し、特に、光学変調素子として用いられるのに好適な新規な液晶材料とその作製法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 光の強度や偏光状態を高速・高精度で制御する素子(光学変調素子)は、光情報処理技術において不可欠である。これまで、光学変調素子として電気光学効果を示す無機単結晶が主として使用してきた。しかしながら、一般に無機単結晶は高価であり形状の自由度に乏しいため、近年液晶を用いた安価で小型の光学変調素子が注目されている。液晶は大きな複屈折と多彩な電気光学効果を示すが、応答速度が低いことと偏光板が必要とするため透過光の約半分をロスすることが問題となっている。

【0003】 青色相(Blue Phase:以下BPと略記することがある)は、コレスティック相と等方相の間の数°C(一般的には1～3°C)の温度範囲(温度幅)で出現することのある液晶相の一つで、数100nmオーダの格子定数の体心立方格子(BPI)や単純立方格子(BPI-I)構造のような三次元周期構造の形成に起因することが知られている。BPは可視光に対して、ブラック反射や旋光性を示し、電界や磁界などの外場により入射光の回折角や偏光状態をマイクロ秒オーダーの応答時間で変化させることのできる特異な電気光学特性を示す。その

ため、BPを示す液晶は、従来の液晶変調素子を遥かに凌ぐ応答速度と多機能な光変調が可能である。しかしながら、BPはコレスティック相と等方相の間のわずか1～3°Cの温度範囲でしか発現しないため、素子の精密な温度制御が必要となることが問題となり、BP液晶から成る光学変調素子は未だ実用化に到っていない。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】 本発明の目的は、光学変調素子として実用に供し得るような充分に広い温度範囲にわたって青色相を発現することのできる新しい液晶材料を開発することにある。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】 本発明者は、検討を重ねた結果、青色相を示す低分子の液晶中に特定構造のモノマー由来の高分子のネットワークを形成させることにより青色相の発現温度範囲(温度幅)を大幅に拡大させることに成功し、本発明を導き出した。

【0006】 かくして、本発明は、コレスティック相と等方相の間で青色相を発現し得る低分子液晶と、該低分子液晶中に形成された高分子ネットワークであって非液晶性のモノマーが架橋剤とともに重合することにより形成された高分子ネットワークとから成る(高分子ネットワーク／低分子液晶)複合系液晶組成物の青色相から構成されていることを特徴とする光学変調素子用液晶材料を提供するものである。本発明に従えば、さらに、上記の光学変調素子用液晶を製造する方法であって、低分子液晶中にモノマーと架橋剤を分散させ、青色相が保持されている温度下に重合を行う工程を含むことを特徴とする方法が提供される。

## 【0007】

【発明の実施の形態】 光学変調素子として用いられるのに好適な本発明の液晶材料は、これまでに知られている(高分子ネットワーク／低分子液晶)複合系液晶組成物とは別異の技術思想に基づく新しいタイプの(高分子ネットワーク／低分子液晶)複合系液晶組成物によって発現されるBP(青色相)から構成されるものである。すなわち、表示素子(ディスプレイ)等として使用される液晶モードであるPDLC(Polymer Dispersed Liquid Crystal)モードの一つとして、低分子液晶中に微量の

40 高分子の網状構造が形成されている(高分子ネットワーク／低分子液晶)複合系液晶組成物がよく知られているが、本発明における(高分子ネットワーク／低分子液晶)構造は、このような従来のものとは異なる。従来から知られた(高分子ネットワーク／低分子液晶)複合系液晶組成物においては、ネットワークを形成するポリマーの原料となるモノマー分子として、それ自身、液晶性であり低分子液晶と相溶性のあるものを用いて高分子ネットワークを形成することにより液晶相の配列を安定させている。

50 【0008】 これに対して、本発明は、低分子液晶と相

溶性の低いモノマー分子を重合させて高分子ネットワークを形成させると、BPが発現される温度範囲が拡大されるという事実に基づくものである。これは、以下のような理由によるものと解される：BPは分子配列の線欠陥と共存状態にあり、欠陥を生成するエネルギーが大きいために高エネルギー状態、すなわち、等方相直下のごくわずかな温度範囲でしかBPは発現しない。モノマーとして低分子液晶と相溶性が低いものを用いると、該低分子液晶のBPの線欠陥にモノマー分子が濃縮され重合によりBPの線欠陥の構造に対応した高分子ネットワークが形成され、これにより、BPの線欠陥を生成するエネルギーの量が低下し、より低温域においてもBPの線欠陥が生成され、BPの発現温度範囲が拡大するのである。

【0009】かくして、本発明の光学変調素子用液晶材料において高分子ネットワークを形成するのに用いられるモノマーは、非液晶性のモノマーである。ここで、本発明において用いられる非液晶性のモノマーとは、光重合または熱重合によって重合することができるモノマーであって、よく知られた液晶を呈する棒状の分子構造（例えば、ビフェニル基またはビフェニル・シクロヘキシル基等の末端にアルキル基、シアノ基、フッ素などが付いたような分子構造）を有しないモノマーを指しし、例えば、分子構造中にアクリロイル基、メタクリロイル基、ビニル基、エポキシ基、スマート基、シンナモイル基等の重合性基を含むモノマーが挙げられるが、これらに限られるものではない。

【0010】本発明の光学変調素子用液晶材料において高分子ネットワークを形成するのに用いられる非液晶性モノマーとして好ましい例は、分子構造中にアクリロイル基またはメタクリロイル基を含むアクリレート系モノマーであり、特に好ましいのは、側鎖としてアルキル基を有する枝分かれ構造のアクリレート系モノマーである。アルキル基は、一般に、炭素数1～4のアルキル基であり、このようなアルキル基から成る側鎖をモノマー単位当たり少なくとも1個有するモノマーを用いる。非液晶性の分子構造を有するモノマーであっても枝分かれしていないモノマーから高分子ネットワークが形成される場合には、BPを発現する温度幅の拡大効果が小さいことが見出されている。アクリレート系モノマーの好適な例としてはシクロヘキシルアクリレートなど、また、側鎖としてアルキル基を有するアクリレート系モノマーの好適な例としては、2-エチルヘキシルアクリレート、1, 3, 3-トリメチルヘキシルアクリレートなどを挙げることができる。

【0011】如上のモノマーが、架橋剤とともに重合に供されることにより、高分子ネットワークが形成されることになる。この架橋剤は、液晶性または非液晶性の化合物のいずれでもよく、用いたモノマーに対応してそのモノマー分子間を結合して網状構造を形成し得るよう

反応性部位を有するものを使用すればよい。例えば、本発明の好ましい態様に従いモノマーとしてアクリレート系モノマーを用いる場合には、架橋剤として液晶性のシアクリレートモノマーを使用することもできる。但し、架橋剤を用いず、または架橋剤の濃度が低過ぎると、BP（青色相）が発現せず、または、その発現温度範囲（温度幅）が狭くなるので、充分量の架橋剤を用いることが必要である。また、高分子ネットワークの濃度も重要であり、BPの発現温度幅を広くするには充分量のモノマーと架橋剤を用いて連続性の高い高分子ネットワークが形成されるようにすることも必要である（後述の実施例参照）。

【0012】光学変調素子として用いられるのに好適な本発明の液晶材料における（高分子ネットワーク／低分子液晶）複合系液晶組成物を構成する低分子液晶は、コレステリック相（カイラルネマチック相）と等方相の間で青色相を発現し得るものである。このような低分子液晶は、ビフェニル、ターフェニル、ビフェニル・シクロヘキシル等の分子構造を含み、不斉原子の存在によりそれが自身がカイラリティー（キラリティー）を有するか、または、カイラルな物質（カイラルドーパント）を添加されることにより、コレステリック相（カイラルネマチック相）を発現し得る物質であって、そのコレステリック相（カイラルネマチック相）におけるらせんのピッチ長が約500nm以下となるようなものから選ばれる。このような液晶は、低温でコレステリック相（カイラルネマチック相）を発現し、それより高温で等方相を発現するとともに、コレステリック相（カイラルネマチック相）と等方相の間のわずかな温度領域において青色相を発現することが知られている。これらの低分子液晶は、一般に、複数の種類を混合して使用することが好ましい。

【0013】本発明の光学変調素子用液晶材料は、如上の低分子液晶と高分子ネットワークとから成る（高分子ネットワーク／低分子液晶）複合系液晶組成物の青色相から構成される。この（高分子ネットワーク／低分子液晶）複合系液晶組成物の青色相は、低分子液晶中にモノマーと架橋剤を分散させ、青色相が保持されている温度下に重合反応を行うことによって得られる。

【0014】青色相が保持されていることは、偏光顕微鏡による観察および反射スペクトルの測定により確認することができる。すなわち、青色相が出現していると、青色相に特徴的な青色および黄緑色のplatelets（小板状組織）が偏光顕微鏡によって観察され、また、この黄緑色のplateletsに対応する約550nmの波長において反射スペクトルにピークが認められる。

【0015】重合は、熱重合および光重合のいずれでも行うことができるが、熱重合の場合は、青色相が保持される温度と重合温度（加熱温度）とが重なる範囲に限界があり、また、高分子ネットワークの形態が加熱により

変化する可能性もあるので、紫外光を用いる光重合によるのが好ましい。また、重合に際しては、重合速度を速めるために、低分子液晶中に、モノマーと架橋剤に加えて重合開始剤も分散させておくことが好ましい。光重合開始剤としては、アセトフェノン系、ベンゾフェノン系、ベンゾインエーテル系、チオキサントン系などの各種の開始剤が使用可能であり、具体的には、2, 2-ジメトキシ-2-フェニルアセトフェノンなどが例示できる。さらに、既述したように、低分子液晶にカイラルネマチック相を発現させるためのカイラルドーバントを添加することが必要となることがある。

【0016】かくして、本発明に従い、(高分子ネットワーク／低分子液晶)複合系液晶組成物の青色相から成る液晶材料を作製するには、如上のように、低分子液晶中にモノマーと架橋剤、さらには、必要に応じて重合開始剤やカイラルドーバントを分散させた混合溶液を適当なセルに注入して以下のように重合反応に供する：まず、重合前の試料(混合溶液)を降温または昇温させてB P(青色相)が発現していることを、既述のように偏光顕微鏡観察および／または反射スペクトル測定により確認する。次に、B P発現が確認された温度から試料を昇温または降温しplateletsの黄緑色の輝度が弱くなつたことが(偏光顕微鏡観察および／または反射スペクトル測定により)認められた時点で紫外光を照射し、黄緑色の輝度が強くなつたら紫外光照射を一旦停止する。その後、試料をさらに降温または昇温し、再びplateletsの黄緑色の輝度が弱くなつた温度において紫外光を照射し、plateletsの黄緑色の輝度が強くなると紫外光照射を一旦停止する。この操作を繰り返し、B Pを発現する温度(plateletsの黄緑色の輝度が強くなる温度)が低分子液晶単独の系のB P発現温度とほぼ一致した後、さらに、一定時間(例えば、1時間)紫外光を照射することにより重合を完了させる。以上の操作は光重合によるものであるが、熱重合による場合は、同様に偏光顕微鏡観察および／または反射スペクトル測定によりB P発現が確認され且つ重合反応が進行する温度下に系を維持することにより重合を行うことができる。

【0017】以上のような重合反応により得られる(高分子ネットワーク／低分子液晶)複合系液晶組成物の青色相(B P)から構成される本発明の液晶材料は、きわめて広い温度範囲(温度幅)にわたり安定な青色相を呈する。例えば、本発明の好ましい例であるアルキル基側鎖を有するアクリレート系モノマーから形成された高分子ネットワークを含む液晶材料には室温(15~25°C)を挿んで60°C以上の温度幅にわたりB Pを発現することができるものもある。得られた液晶材料のB P発現も既述したような偏光顕微鏡観察と反射スペクトル測定により

確認することができる。

【0018】

【実施例】以下に、本発明の特徴をさらに具体的に明らかにするため実施例を示すが、本発明はこれらの実施例によって制限されるものではない。

実施例1：液晶材料の作製

- 光重合性モノマーとして、非液晶性の2-エチルヘキシルアクリレート(2EHA)(Aldrich社製)、ヘキシルアクリレート(HA)(Aldrich社製)、および1, 10, 3, 3-トリメチルヘキシルアクリレート(TMHA)(Aldrich社製)、ならびに液晶性の6-(4'-シアノビフェニル-4-イルオキシ)ヘキシルアクリレート(6CBA)を用いた。架橋剤として液晶性ジアクリレートモノマー(RM257)(Merck社製)、光重合開始剤として2, 2-ジメトキシ-2-フェニルアセトフェノン(Aldrich社製)を用いた。低分子液晶として、フッ素系ネマチック混合液晶JC-1041XX(7)(チソン社製)およびシアノビフェニル系ネマチック液晶4-シアノ-4'-(ベンチルビフェニル)(5CB)(Aldrich社製)を等モルで混合したものを使い、カイラルドーバントとしてZLI-4572(9)(Merck社製)を用いた。用いた光重合性モノマー、架橋剤および光重合開始剤の化学構造式を図1に、また、用いた低分子液晶およびカイラルドーバントの化学構造式を図2に、それぞれ示している。なお、図1および図2に示す化学構造式においては、慣用的な表現法に従い炭素原子および水素原子を省略している。
- 【0019】上記の構成成分を所定の組成で調製した混合溶液を等方相状態で無配向、セル厚14μmのサンドイッチ型セルに注入した。各サンプルが注入されたセルをクロスニコル下の偏光顕微鏡で観察し、既述した方法に従いB Pが保持された状態であることを確認しながらメタルハライドランプから得られる照射強度1.5mW・cm<sup>-2</sup>の紫外光を1時間以上照射することにより光重合を行った。
- 【0020】さらに、高感度マルチチャンネル光検出器(C4564-010G、浜松ホトニクス(株))を用いて、重合前後における各サンプルの反射スペクトル測定を等方相とカイラルドーバント液晶相との間の温度領域において行った。光源としてキセノンランプを用いた。表1は、2EHAを用いた場合の各サンプルの組成を示し、また、表2は、偏光顕微鏡観察によって得られた表1に示すサンプルの光重合後の相転移温度およびB Pの発現温度範囲を示すものである。
- 【0021】

【表1】

	2EHA	RMA57	開始剤	JC-1041XX	5CB	XLB-6572
サンプル1	0	0	0	48.19	47.87	4.44
サンプル2	2.87	1.51	0.19	45.08	46.78	8.08
サンプル3	8.99	2.69	0.88	44.74	43.44	4.89
サンプル4	5.76	8.68	0.47	43.78	42.54	4.85
サンプル5	6.81	4.33	0.88	39.78	43.69	4.87

【0022】

\* \* 【表2】

	N*-BP	BP-Lee	BP発現温度範囲
サンプル1	830.7	831.8	1.1
サンプル2	319.1	326.8	6.8
サンプル3	< 268	326.4	> 60
サンプル4	< 263	326.4	> 60
サンプル5	< 268	327.0	> 60

N\*-BP : カイラルネマチック相 - 青色相転移温度 (K)

BP-Lee : 青色相 - 等方相転移温度 (K)

【0023】表2に示されるように、高分子ネットワークが存在しない状態（サンプル1）では、BPの発現温度範囲（温度幅）は1.1K (1.1°C) であったが、高分子ネットワークの濃度が4 mol%の複合系（サンプル2）においては、BPの発現温度範囲は6.8K (6.8°C) と拡大された。さらに、高分子ネットワークの濃度が7 mol %以上の複合系（サンプル3～5）においてはBPの発現温度範囲は60K (60°C) 以上と大きく拡大された。これは、非液晶性でアルキル基側鎖を有するモノマーである2EHAを用いて、BPの線欠陥に対応した高分子ネットワークが形成されたことにより、BPの分子配列構造と共存関係にある線欠陥が安定化された結果、BPも安定化されたことに因ると考えられる。

【0024】2EHAと同様に非液晶性でアルキル基側鎖を有するTMHAを用いた場合も顕著なBP発現温度範囲拡大効果が認められ、サンプル3とほぼ同じ組成でBPの発現温度範囲は60°C以上と大きく拡大された。しかし、非液晶性であるがアルキル基側鎖を有しないHAを用いた場合は、サンプル3とほぼ同じ組成においてもBPの発現温度範囲は8.2°Cであり、2EHAを用いた場合に比較して小さいものとなった。一方、液晶性の6CBAを用いた場合のBPの発現温度範囲は組成に依存せず2°C程度とほぼ一定であり、BP発現温度範囲の拡大は実質的に認められなかった。

【0025】図3は、偏光顕微鏡観察の1例として、上記のサンプル3の偏光顕微鏡観察像を示すものである。等方相（図3の(A)）から降温させていくと、BPの発現に伴なう青色と黄緑色のplateletsが観察された（図3のB）。他のサンプルについても幅広い温度範囲で同様の像が観察された。

【0026】図4は、1例としてサンプル3の反射スペクトルの温度依存性を示すものである。低分子液晶単独系と異なり、BPの発現に起因するピークが幅広い温度範囲で観察された（図4の(A)および(B)）。また、カイラルネマチック液晶相のピッチ長に対応するピークの発現が観測されなかった（図4の(C)）。した

がって、幅広い温度でBPの分子配列構造が安定化されたことが明らかとなった。

#### 【0027】実施例2：液晶材料の電気光学特性の評価

本発明に従う液晶材料の光学変調素子としての適用性を評価するため、電気光学特性評価装置を用いて、室温

20 (20°C) 下に、正弦波、1 kHzの交流電界を印加し、その電気光学応答速度および透過光強度の印加電圧依存性を測定した。用いた入射光はHe-Neレーザー光（λ = 632.8 nm）であり、透過光の検出は、検格子を偏光子に対して45度回転させた状態で行った。

【0028】図5は、測定結果の1例として、実施例1のサンプル3から作製された液晶材料に上記の交流電界(80V)を印加したときの透過光強度の時間依存性を示すものである。電界印加に対して透過光強度が増加し旋光性が低下しており、液晶材料により入射光の偏光状態

30 が変化することが理解される。これは低分子液晶分子が電界印加方向に沿って配列しようとしてBPの螺旋構造が崩れることに起因すると考えられる。また、立ち上がりおよび下がりとともに1～2 ms程度とネマチック液晶と比較して高速の電気光学応答を示した。図6は、透過光強度の印加電圧の2乗に対する依存性を示すものである。透過光強度と印加電圧の2乗が比例関係にあることから、誘電率異方性に伴う電気光学応答挙動であるといえる。

#### 【0029】

40 【発明の効果】本発明に従えば、青色相(BP)の特異な電気光学特性を維持したまま、その発現温度範囲を大幅に拡大することができ、BPを光学変調素子として実用化するための障害であった発現温度の狭さの問題が克服される。本発明の液晶材料は、BPの回折・旋光特性を活用した新規な光学変調素子として幅広い温度範囲で利用可能であり、マイクロオプトエレクトロニクス分野における新たな発展に資することができる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施例において用いられた光重合性モノマー、架橋剤および光重合開始剤の化学構造式を示

す。

【図2】本発明の実施例において用いられた低分子液晶およびカイラルドーパントの化学構造式を示す。

【図3】本発明に従う液晶材料サンプルの偏光顕微鏡写真の1例を示す。

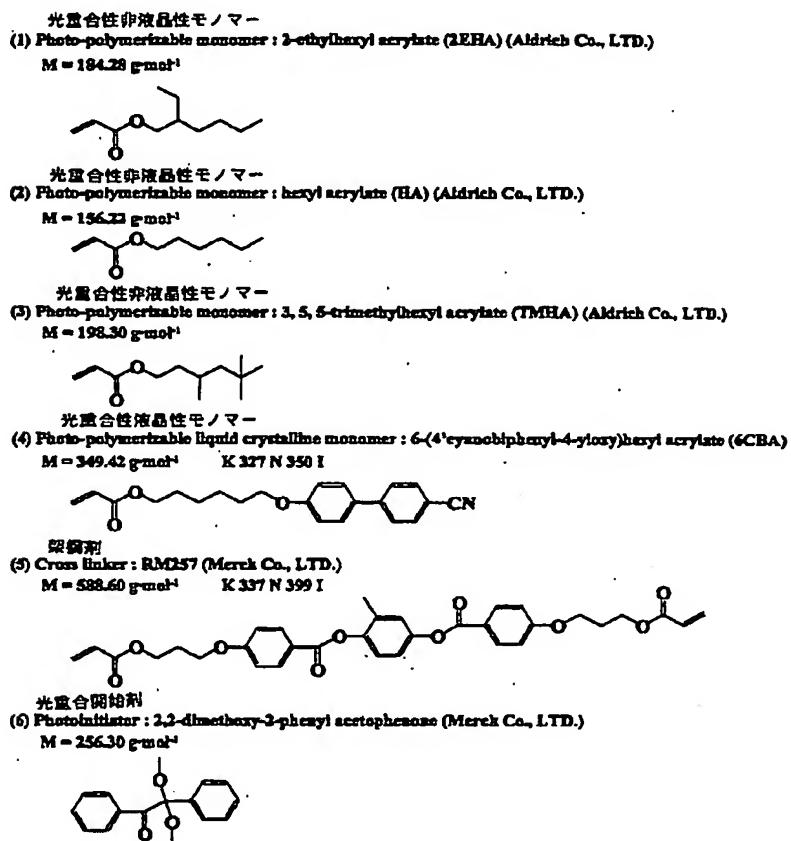
【図4】本発明に従う液晶材料サンプルの反射スペクトル\*

\* ルの温度依存性の1例を示す。

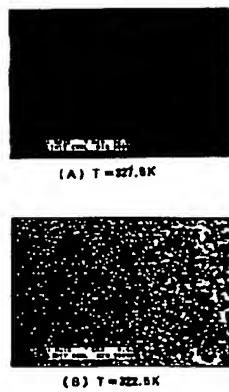
【図5】本発明に従う液晶材料の電気光学特性として交流電界が印加されたときの透過光強度の時間依存性の1例を示す。

【図6】本発明に従う液晶材料の電気光学特性として透過光強度と印加電圧との関係の1例を示す。

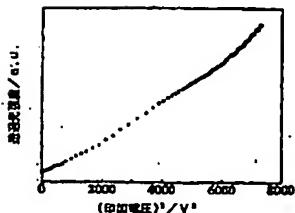
【図1】



【図3】

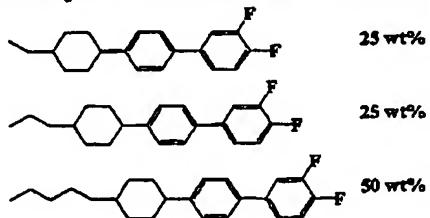


【図6】

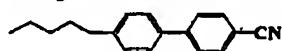


【図2】

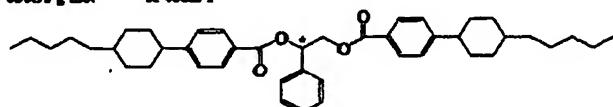
低分子液晶  
(7) Low molecular nematic liquid crystal : JC-1041XX (Chisso Co., LTD.)  
 $M = 323.90 \text{ g/mol}^1$   $K = 273\text{--}283 \text{ N} 370 \text{ I}$   $\Delta n = 0.142$



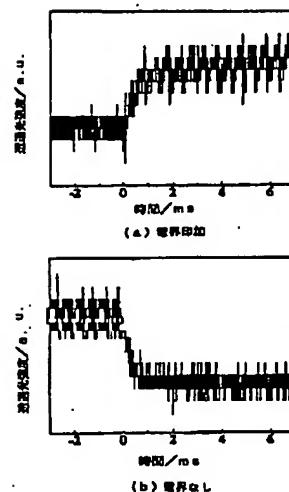
低分子液晶  
(8) Low molecular nematic liquid crystal : 4-cyano-4'-pentylbiphenyl (SCB) (Aldrich Co., LTD.)  
 $M = 249.35 \text{ g/mol}^1$   $K = 296 \text{ N} 308 \text{ I}$   $\Delta n = 0.163$



カイラルドーパント  
(9) Chiral dopant : ZLI-4572 (Merck Co., LTD.)  
 $M = 650.93 \text{ g/mol}^1$   $K = 406.3 \text{ I}$



【図5】



【図4】

